

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-244107

(43)Date of publication of application : 07.09.2001

(51)Int.Cl.

H01F 1/06  
 B22D 11/06  
 B22F 1/00  
 B22F 3/00  
 B22F 9/08  
 C22C 38/00  
 H01F 1/04  
 H01F 1/08  
 H01F 41/02

(21)Application number : 2000-371788

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS  
CO LTD

(22)Date of filing : 06.12.2000

(72)Inventor : KANEKIYO HIROKAZU

(30)Priority

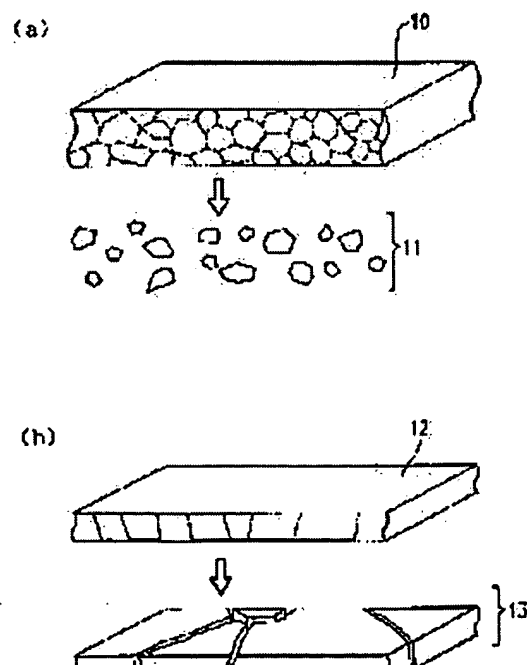
Priority number : 11362103 Priority date : 21.12.1999 Priority country : JP

## (54) IRON-BASED ALLOY PERMANENT MAGNET POWDER AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an iron-based alloy permanent magnet powder improved in filling property and fluidity at molding by making the shape of particles from flat shape into a spherical shape.

SOLUTION: When the fusion of a Fe-R-B-based alloy is cooled by a single-roll process, a roll surface speed is adjusted to form a quenched solidified alloy of thickness 80  $\mu$ m to 300  $\mu$ m. Next, the quench solidified alloy is crystallized by thermal processing, and an alloy thin band 10 having permanent magnet characteristics is formed. Then, the alloy thin band 10 is pulverized, thereby forming powders 11, in which a mean particle



BEST AVAILABLE COPY

size is 50 nm to 300  $\mu\text{m}$  and a size ratio of a short axis direction to a long axis direction, is in the range of 0.3 to 1.0.

---

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.12.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3365628

[Date of registration] 01.11.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Fe-R-B系合金の溶湯を急冷法によって冷却し、それによって厚さ80 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下の急冷凝固合金を形成する冷却工程と、熱処理によって前記急冷凝固合金を結晶化し、永久磁石特性を有する合金を生成する工程と、前記合金を粉砕することによって、平均粒径が50 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下で、しかも、粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下の粉末を形成する工程と、を包含する鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項2】 前記熱処理の前に前記急冷凝固合金を粗粉砕する工程を更に包含している請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項3】 前記粉砕は、ピンミル装置で行う請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項4】 前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、Fe<sub>2</sub>B<sub>6</sub>、Fe<sub>2</sub>B、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B<sub>6</sub>からなる群から選択された少なくとも一つの準安定相、および／または非晶質相を含有している請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項5】 前記永久磁石特性を有する合金は、Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（Rは、Pr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素）の組成式で表される永久磁石であって、前記組成式中のxおよびyが、

1原子% $\leq x \leq 6$ 原子%、および15原子% $\leq y \leq 25$ 原子%の関係を満足し、かつ構成相として、Fe、FeとBの合金、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径が150nm以下である請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項6】 前記冷却工程において、ロール表面速度が1m/秒以上13m/秒以下の範囲で回転するロールに前記溶湯を接触させ、それによって前記急冷凝固合金を形成する請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項7】 前記冷却工程は、減圧雰囲気下において、前記Fe-R-B系合金の溶湯を急冷する工程を包含する請求項6に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項8】 前記減圧雰囲気の絶対圧力は50kPa以下であることを特徴とする請求項7に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項9】 前記熱処理によって結晶化された前記合金は、ナノコンポジット磁石である請求項1に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項10】 請求項1から9の何れかに記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法によって製造された前記鉄基合金永久磁石粉末を用意する工程と、

前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する工程とを包含するボンド磁石の製造方法。

【請求項11】 圧縮成形法によって80%を超える充填率で前記鉄基合金永久磁石粉末を成形することを特徴とする請求項10に記載のボンド磁石の製造方法。

【請求項12】 射出成形法によって65%を超える充填率で前記鉄基合金永久磁石粉末を成形することを特徴とする請求項10に記載のボンド磁石の製造方法。

【請求項13】 Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（Feは鉄、Bはボロン、Rは、Pr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素）の組成式で表される鉄基合金永久磁石粉末であって、前記組成式中のxおよびyが、

1原子% $\leq x \leq 6$ 原子%、および15原子% $\leq y \leq 25$ 原子%の関係を満足し、かつ構成相として、Fe、FeとBの合金、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径が150nm以下、平均粒径は300 $\mu$ m以下であり、粉末の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下の鉄基合金永久磁石粉末。

【請求項14】 請求項13に記載の鉄基合金永久磁石粉末を含むボンド磁石。

【請求項15】 請求項14に記載のボンド磁石を備えた電気機器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、各種モータ、アクチュエータ、スピーカ、メータ、フォーカスコンバージェンスリング等の電気機器に用いられる磁石として最適な鉄基合金永久磁石の粉末およびその製造方法に関する。また、本発明は、上記磁石粉末から作製されたボンド磁石、および当該ボンド磁石を備えた各種電気機器に関している。

【0002】

【従来の技術】Fe-R-B系合金系のナノコンポジット磁石は、例えばFe<sub>2</sub>BやFe<sub>2</sub>B<sub>6</sub>等のソフト磁性相である鉄基ホウ化物の微結晶とハード磁性相であるR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の微結晶とが同一金属組織内において均一に分布し、両者が交換相互作用によって磁氣的に結合した鉄基合金永久磁石である。

【0003】ナノコンポジット磁石は、ソフト磁性相を含みながらも、ソフト磁性相とハード磁性相との間の磁氣的結合によって優れた磁石特性を発揮することができる。また、Nd等の希土類元素Rを含まないソフト磁性相が存在する結果、全体として希土類元素Rの含有量が低く抑えられる。このことは、磁石の製造コストを低減し、磁石を安定に供給するうえでも好都合である。

【0004】このようなナノコンポジット磁石は、溶融した原料合金を急冷法によって凝固させた後、適切な熱処理を施すことによって作製される。原料合金溶湯を急冷

する際、単ロール法が用いられることが多い。単ロール法は、合金溶湯を回転する冷却ロールに接触させることによって冷却し凝固させる方法である。この方法による場合、急冷合金の形状は冷却ロールの周速度方向に沿って薄帯（リボン）状に伸びたものとなる。

【0005】従来から、ロール表面速度を15m/秒以上にして、厚さ50μm以下の急冷合金薄帯を作製することが行われている。このようにして作製した急冷合金薄帯は、熱処理によって永久磁石特性が付与された後、平均粒径が300μm以下になるように粉碎され、磁石粉末となる。この磁石粉末は、例えば圧縮成形や射出成形によって所望形状を持つ永久磁石体を構成することになる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】厚さ50μm以下の比較的薄い急冷合金薄帯を粉碎して平均粒径が300μm以下の粉末を作製した場合、得られた粉末粒子の形状は扁平なものとなる。そのため、上記の従来技術によって作製された磁石粉は、成形時の充填性や流動性が悪く、磁粉充填率（磁粉体積/ボンド磁石体積）は、圧縮成形の場合には最高で80%、射出成形の場合には最高でも65%である。この磁粉充填率は、最終製品である永久磁石体の特性に影響を与えるものであり、永久磁石特性を改善するため、磁粉充填率を向上させることが強く望まれている。

【0007】本発明はかかる諸点に鑑みてなされたものであり、その主な目的は、粒子形状を扁平なものから球状に近いものとすることによって成形時における充填性および流動性を改善した鉄基合金永久磁石粉末ならびにその製造方法を提供することにある。

【0008】また、本発明の他の目的は、上記の鉄基合金永久磁石粉末を用い、磁粉充填率を改善することによって優れた永久磁石特性を発揮できるようにしたボンド磁石および当該ボンド磁石を備えた電気機器を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明による鉄基合金永久磁石粉末の製造方法は、Fe-R-B系合金の溶湯を急冷法によって冷却し、それによって厚さ80μm以上300μm以下の急冷凝固合金を形成する冷却工程と、熱処理によって前記急冷凝固合金を結晶化し、永久磁石特性を有する合金を生成する工程と、前記合金を粉碎することによって平均粒径が50μm以上300μm以下で、しかも、粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下の粉末を形成する工程とを包含する。

【0010】好ましい実施形態においては、前記熱処理の前に前記急冷凝固合金を粗粉碎する工程を更に実行する。

【0011】前記粉碎は、ピンミル装置で行うことが好

ましい。

【0012】好ましい実施形態において、前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、Fe<sub>100-x-y</sub>B<sub>x</sub>Fe<sub>y</sub>B、R<sub>2</sub>Fe<sub>1-x-y</sub>B<sub>x</sub>およびR<sub>2</sub>Fe<sub>1-x-y</sub>B<sub>x</sub>からなる群から選択された少なくとも一つの準安定相、および/または非晶質相を含む金属組織を含有している。

【0013】好ましい実施形態において、前記永久磁石特性を有する合金は、Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（Rは、Pr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素）の組成式で表される永久磁石であって、前記組成式中のxおよびyが、1原子% ≤ x ≤ 6原子% および 15原子% ≤ y ≤ 25原子% の関係を満足し、かつ、構成相として、Fe、FeとBの合金、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>1-x-y</sub>B<sub>x</sub>型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径が150nm以下である。

【0014】前記冷却工程において、ロール表面速度が1m/秒以上13m/秒以下の範囲で回転するロールに前記溶湯を接触させ、それによって前記急冷凝固合金を形成することが好ましい。

【0015】前記冷却工程は、減圧雰囲気下において、前記Fe-R-B系合金の溶湯を急冷する工程を包含することが好ましい。

【0016】前記減圧雰囲気の絶対圧力は50kPa以下であることが好ましい。

【0017】好ましい実施形態において、前記熱処理によって結晶化された前記合金は、ナノコンポジット磁石である。

【0018】本発明によるボンド磁石の製造方法は、上記の何れかの鉄基合金永久磁石粉末の製造方法によって前記鉄基合金永久磁石粉末を用意する工程と、前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する工程とを包含する。

【0019】好ましい実施形態では、圧縮成形法によって80%を越える充填率で前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する。

【0020】好ましい実施形態では、射出成形法によって65%を越える充填率で前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する。

【0021】本発明による鉄基合金永久磁石粉末は、Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（Feは鉄、Bはボロン、Rは、Pr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素）の組成式で表される鉄基合金永久磁石粉末であって、前記組成式中のxおよびyが、1原子% ≤ x ≤ 6原子%、および 15原子% ≤ y ≤ 25原子% の関係を満足し、かつ、構成相として、Fe、FeとBの合金、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>1-x-y</sub>B<sub>x</sub>型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径が150nm以下、平均粒径は300μm以下であり、粉末の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下である。

【0022】本発明によるボンド磁石は、上記の鉄基合

金永久磁石粉末を含む。圧縮成形法による場合は80%を超える充填率を示し、射出成形法による場合は65%を超える充填率を示す。

【0023】本発明による電気機器は上記ボンド磁石を備えている。

【0024】

【発明の実施の形態】本発明では、まず、Fe-R-B系合金の溶湯をジェットキャスト法やストリップキャスト法などの急冷法によって冷却し、それによって厚さ80 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下の急冷凝固合金を形成する。次に、熱処理によって急冷凝固合金に永久磁石特性を与えた後、この合金を粉砕することによって平均粒径が50 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下で粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下の粉末を形成する。本発明によれば、粉末中で粒径が50 $\mu$ mを超える粒子の60重量%以上の粒子について、長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比を0.3以上1.0以下とすることが可能である。

【0025】Fe-R-B系合金としては、Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（Feは鉄、Bはボロン、RはPr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素である）が好適に用いられる。好ましい実施形態における上記組成式中のxおよびyは、1原子% $\leq x \leq 6$ 原子%、15原子% $\leq y \leq 25$ 原子%の関係を満足する。好ましい実施形態では、上記組成の合金溶湯をメルトクエンチング（melt-quenching）法によって冷却し、アモルファス相を含む急冷凝固合金を形成した後、この急冷凝固合金を加熱することによって微結晶を構成相中に形成して製造することができる。均一な組織を得るために、急速冷却は減圧雰囲気で行うことが好ましい。好ましい実施形態では、冷却ロールに合金溶湯を接触させ、それによって急冷凝固合金を形成する。

【0026】本発明では、前述のように、急冷凝固直後の合金薄帯の厚さを80 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下とする。単ロール法などのメルトスピニング法を用いる場合、冷却ロールの表面速度を1m/秒以上13m/秒以下の範囲内に調整することによって、急冷凝固直後の合金薄帯の厚さを80 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下に制御することができる。合金薄帯の厚さをこのように調整する理由を以下に説明する。

【0027】ロール表面速度が1m/秒を下回ると、急冷合金薄帯の厚さは300 $\mu$ mを超えて厚くなるが、粗大な $\alpha$ -FeおよびFe<sub>2</sub>Bの多い急冷合金組織が形成されるため、熱処理を施してもハード磁性相であるR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>Bが析出せず、永久磁石特性が発揮されない。

【0028】一方、ロール表面速度が13m/秒を上回ると、急冷合金薄帯の厚さが80 $\mu$ mを下回って薄くなるとともに、熱処理後の粉砕工程では、ロール接触面にほぼ垂直な方向（合金薄帯の厚さ方向）に沿って破断し

やすくなる。その結果、急冷合金薄帯は扁平な形状に割れやすく、得られた粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比は0.3未満になる。長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3を下回るように扁平な粉末粒子では、磁粉充填率を改善することは困難である。

【0029】以上のことから、好ましい実施形態ではロール表面速度を調節し、急冷合金薄帯の厚さを80 $\mu$ m以上300 $\mu$ m以下の範囲に設定している。その結果、粉砕工程によって、平均粒径が300 $\mu$ m以下で、長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下の磁石粉末を製造することが可能になる。この比の更に好ましい範囲は、0.4以上1.0以下である。

【0030】なお、急冷凝固合金は、結晶化のための熱処理の前において、非晶質組織を有しているか、あるいは、Fe<sub>2</sub>B、Fe<sub>3</sub>B、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>B<sub>3</sub>からなる群から選択された少なくとも一つの準安定相と非晶質相とが混在する金属組織を有している場合がある。冷却速度が速い場合には準安定相の割合は減少し、非晶質相の割合が多くなる。

【0031】急冷凝固合金に対する熱処理によって生成された微結晶は、鉄、鉄とホウ素の合金、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物などから形成されている。各構成相の平均結晶粒径は150nm以下であることが好ましい。各構成相のより好ましい平均結晶粒径は、100nm以下であり、更に好ましい平均結晶粒径は60nm以下である。本発明によれば、粉砕前の合金薄帯（厚さ：80～300 $\mu$ m）が上記微結晶から構成されているため、粉砕工程によって種々の方位に破断しやすい。その結果、球状に近い粉末粒子が得られやすくなると考えられる。すなわち、本発明によれば、一定の方位に沿って長く伸びた粉末粒子が得られるのではなく、等軸的な形状、すなわち球形に近い形状の粉末粒子が形成される。

【0032】これに対して、ロール表面速度を速くして合金薄帯の厚さを80 $\mu$ mより薄くすると、前述のように、合金薄帯の金属組織がロール接触面に垂直な方位に揃う傾向がある。そのため、その方位に沿って破断しやすくなり、粉砕によって得られた粉末粒子は、合金薄帯の表面に平行な方向に沿って長く伸びた形状となりやすく、粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比は0.3未満となる。

【0033】図1(a)は、本発明による磁石粉末製造方法の粉砕工程前における合金薄帯10と、粉砕工程後の粉末粒子11を模式的に示している。一方、図1

(b)は、上記の従来技術による磁石粉末製造方法の粉砕工程前における合金薄帯12と、粉砕工程後の粉末粒子13を模式的に示している。

【0034】図1(a)に示されるように、本発明の場

合は、粉碎前の合金薄帯10が粒径の小さな等軸晶によって構成されているため、ランダムな方位に沿って破断しやすく、等軸的な粉末粒子11が生成されやすい。これに対し、従来技術の場合は、図1(b)に示されるように、合金薄帯12の表面に対してほぼ垂直な方向に破断しやすいため、粒子13の形状は扁平なものとなる。

【0035】なお、合金溶湯の急冷凝固を減圧雰囲気で行うと、希土類金属量が僅かであるにもかかわらず、 $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物の微結晶(平均粒径150nm以下)を均一に形成することができ、その結果、優れた磁気特性を示す永久磁石を作製することが可能になる。

【0036】これに対して、上記組成の合金溶湯を常圧雰囲気下で冷却する場合は、溶湯の冷却速度が不均一になるため、 $\alpha-Fe$ の結晶が生成されやすく、 $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物を生成することができなくなる。また、冷却速度の不均一は不均一相の発生を招くため、結晶化のための熱処理を行うと、結晶粒が粗大化してしまうという問題をも引き起こす。

【0037】また、本発明の永久磁石粉末においては、鉄、鉄とホウ素との合金からなるソフト磁性組織相、および $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有するハード磁性化合物相とが混在し、しかも各構成相の平均結晶粒径が小さいため、交換結合が強まっている。

【0038】〔組成限定理由〕希土類元素Rは、永久磁石特性を発現するために必要なハード磁性相である $R_2Fe_{14}B$ に必須の元素である。Rの含有量(x)が1原子%未満では、 $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物相を析出することができず、保磁力発現効果が小さい。また、6原子%を超えると、ハード磁性相である $R_2Fe_{14}B$ が生成されず、保磁力が著しく低下してしまう。このため、希土類元素Rの組成比yは1原子% $\leq x \leq 6$ 原子%を満足する必要がある、2原子% $\leq x \leq 5$ 、7原子%を満足することが好ましい。

【0039】ボロン(B)は、永久磁石材料のソフト磁性相である $Fe_3B$ や $Fe_{23}B_6$ 等の鉄基ホウ化物と、ハード磁性相である $R_2Fe_{14}B$ とに必須の元素である。Bの含有量(組成比y)が15原子%未満では、液体急冷法によって溶湯合金を急冷してもアモルファス組織が得にくい。そのため、単ロール法によって原料合金の溶湯を急冷凝固させる場合に、厚さが70 $\mu m$ 以上300 $\mu m$ 以下の範囲内になる条件で急冷凝固合金を形成すると、好ましい金属組織が生成されず、熱処理しても十分な永久磁石特性が発現しない。また、25原子%を超えると、減磁曲線の角形比が著しく低下し、残留磁束密度 $B_r$ が低下するので好ましくない。このためボロン組成比xは、15原子% $\leq x \leq 25$ 原子%を満足する必要がある、16原子% $\leq y \leq 20$ 原子%を満足することが好ましい。なお、Bの一部はC(炭素)で置換されていても良い。

【0040】なお、原料には、元素M(Al、Si、Ti、V、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、Ga、Zr、Nb、Mo、Ag、Hf、Ta、W、Pt、Au、およびPb)からなる群から選択された少なくとも1種の元素)を添加しても良い。元素Mの添加は、角形比 $J_c/J_s$ の向上、および最適な磁気特性を発揮し得る使用温度範囲の拡大などの効果をもたらす。元素Mの含有量が0.05原子%未満では、このような効果が充分に発揮されず、7原子%を超えると磁化が低下し出す。このため、添加元素Mの組成比zは0.05原子% $\leq z \leq 7$ 原子%を満足する必要がある、0.2原子% $\leq z \leq 5$ 原子%を満足することが好ましい。

【0041】更に、原料にコバルト(Co)を添加しても良い。Coは、Feの一部と置換されることによって角形比を改善し、最大エネルギー積を向上させる効果を発揮する。このため、角形比を特に高めたい場合にCoを添加することが好ましい。

【0042】なお、Feは上記元素の含有残余を占めている。

【0043】次に、本発明による鉄基永久磁石合金粉末の製造方法について、好ましい実施形態を詳細に説明する。

【0044】まず、前述の組成式で表現される原料を用意し、この原料を加熱溶融することによって合金溶湯を作製する。この合金溶湯をメルトクエンチング法によって急冷し、アモルファス相を含む急冷凝固合金を形成する。メルトクエンチング法としては、単ロール法を用いたメルトスピニング法の他に、ストリップキャスト法を用いることも可能である。その他に、厚さ80 $\mu m$ 以上300 $\mu m$ 以下の急冷合金を形成できるのであれば、双ロールを用いた溶湯凝固装置を利用することも可能である。

【0045】〔急冷装置の説明〕本実施形態では、例えば図2に示すメルトスピニング装置を用いて原料合金を製造する。酸化しやすい希土類元素を含む原料合金の酸化を防ぐため、不活性ガス雰囲気中で合金製造工程を実行する。不活性ガスとしてはヘリウムまたはアルゴン等の希ガスをを用いることが好ましい。なお、窒素は希土類元素と反応しやすいため、不活性ガスとして用いることは好ましくない。

【0046】図2の装置は、真空または不活性ガス雰囲気を保持し、その圧力を調整することが可能な原料合金の溶解室1および急冷室2を備えている。

【0047】溶解室1は、所望の磁石合金組成になるように配合された原料20を高温にて溶解する溶解炉3と、底部に出湯ノズル5を有する貯湯容器4と、大気の進入を抑制しつつ配合原料を溶解炉3内に供給するための配合原料供給装置8とを備えている。貯湯容器4は、原料合金の溶湯21を貯え、その出湯温度を所定のレベルに維持できる加熱装置(不図示)を有している。

【0048】急冷室2は、出湯ノズル5から出た溶湯21を急冷凝固するための回転冷却ロール7を備えている。

【0049】この装置においては、溶解室1および急冷室2内の雰囲気およびその圧力が所定の範囲に制御される。そのために、雰囲気ガス供給口1b、2b、および8bとガス排気口1a、2a、および8aとが装置の適切な箇所に設けられている。特にガス排気口2aは、急冷室2内の絶対圧を真空〜50kPaの範囲内に制御するため、ポンプに接続されている。

【0050】溶解炉3は傾動可能であり、ロート6を介して溶湯21を貯湯容器4内に適宜注ぎ込む。溶湯21は貯湯容器4内において不図示の加熱装置によって加熱される。

【0051】貯湯容器4の出湯ノズル5は、溶解室1と急冷室2との隔壁に配置され、貯湯容器4内の溶湯21を下方に位置する冷却ロール7の表面に流下させる。出湯ノズル5のオリフィス径は、例えば0.5〜2.0mmである。溶湯21の粘性が大きい場合、溶湯21は出湯ノズル5内を流れにくくなるが、本実施形態では急冷室2を溶解室1よりも低い圧力状態に保持するため、溶解室1と急冷室2との間に圧力差が形成され、溶湯21の出湯がスムーズに実行される。

【0052】冷却ロール7は、Cu、Fe、またはCuやFeを含む合金から形成することが好ましい。CuやFe以外の材料で冷却ロールを作製すると、急冷合金の冷却ロールに対する剥離性が悪くなるため、急冷合金がロールに巻き付くおそれがあり好ましくない。冷却ロール7の直径は例えば300〜500mmである。冷却ロール7内に設けた水冷装置の水冷能力は、単位時間あたりの凝固潜熱と出湯量とに応じて算出し、調節される。

【0053】冷却ロール7の表面は、例えばクロムめっき層で覆われている。冷却ロール7の表面粗度は、中心線平均粗さ $R_a \leq 0.8 \mu m$ 、最大 $R_{max} \leq 3.2 \mu m$ 、十点平均粗さ $R_z \leq 3.2 \mu m$ であることが好ましい。冷却ロール7の表面が粗いと、急冷合金がロールに張り付きやすいため好ましくない。

【0054】図2に示す装置によれば、例えば合計20kgの原料合金を15〜30分間で急冷凝固させることができる。こうして形成した急冷合金は、厚さ：80 $\mu m$ 〜300 $\mu m$ 、幅：2mm〜6mmの合金薄帯（合金リボン）22である。〔急冷方法の説明〕まず、前述の組成式で表現される原料合金の溶湯21を作製し、図2の溶解室1の貯湯容器4に貯える。次に、この溶湯21は出湯ノズル5から減圧Ar雰囲気中の水冷ロール7上に出湯され、水冷ロール7との接触によって急冷され、凝固する。急冷凝固方法としては、冷却速度の高精度の制御が可能な方法を用いる必要がある。

【0055】本実施形態では、溶湯21の冷却凝固に際して、冷却速度を $10^3 \sim 10^5 ^\circ C / 秒$ とする。この冷却

速度で合金の温度を $\Delta T_1$ だけ低い温度に低下させる。急冷前の合金溶湯21の温度は融点 $T_m$ に近い温度（例えば1200〜1300 $^\circ C$ ）にあるため、合金の温度は冷却ロール7上で $T_m$ から $(T_m - \Delta T_1)$ にまで低下する。本願発明者の実験によれば、最終的な磁石特性を向上させるという観点から $\Delta T_1$ は700〜1100 $^\circ C$ の範囲内にあることが好ましい。

【0056】合金の溶湯21が冷却ロール7によって冷却される時間は、回転する冷却ロール7の外周表面から合金が接触してから離れるまでの時間に相当し、本実施形態の場合は0.05〜50ミリ秒である。その間に、合金の温度は更に $\Delta T_2$ だけ低下し、凝固する。その後、凝固した合金は冷却ロール7から離れ、不活性雰囲気中を飛行する。合金は薄帯状で飛行している間に雰囲気ガスに熱を奪われる結果、その温度は $(T_m - \Delta T_1 - \Delta T_2)$ に低下する。 $\Delta T_2$ は、装置のサイズや雰囲気ガスの圧力によって変化するが、約100 $^\circ C$ またはそれ以上である。

【0057】なお、急冷室2内の雰囲気は減圧状態にする。雰囲気は、絶対圧力が50kPa以下の不活性ガスから構成することが好ましい。なお、雰囲気ガスの圧力が50kPaを超える場合は、回転ロールと合金溶湯との間に雰囲気ガスが巻き込まれることの影響が顕著になるため、均一な組織が得られないおそれが強まるので好ましくない。

【0058】本発明ではロール表面速度を1m/秒以上13m/秒以下の範囲内に調節することによって、急冷合金薄帯の厚さを80 $\mu m$ 以上300 $\mu m$ 以下の範囲に設定している。ロール表面周速度が1m/秒未満では、平均結晶粒径が大きくなりすぎるため目的とする磁気特性が得られなくなるので好ましくない。一方、ロール表面周速度が13m/秒を超えると、急冷合金薄帯の厚さが70 $\mu m$ を下回り、後に説明する粉碎工程で長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比（短軸/長軸）が0.3未満の粉末粒子しか得られなくなる。

【0059】〔熱処理の説明〕急冷工程を行った後、急冷合金に対して結晶化熱処理を行うことによって平均結晶粒径が100nm以下である微結晶を生成する。この熱処理は、400 $^\circ C$ 〜700 $^\circ C$ 、より好ましくは500 $^\circ C$ 〜700 $^\circ C$ の温度で30秒以上加熱することが好ましい。熱処理温度が700 $^\circ C$ を超えると、粒成長が著しく、磁気特性が劣化する。逆に、熱処理温度が400 $^\circ C$ 未満では、 $R_2Fe_{14}B$ 相が析出しないため、高い保磁力が得られない。

【0060】上記の条件で熱処理を行えば、微結晶（鉄、鉄とボウ素の合金、および $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物）をその平均結晶粒径が150nm以下になるように形成することができる。好ましい熱処理時間は熱処理温度に依存して異なるが、例えば600 $^\circ C$ で熱処理する場合、30秒〜30分程度の加熱を行うこ



とが好ましい。熱処理時間が30秒を下回ると、結晶化が完了しない場合がある。

【0061】なお、熱処理を行う前に、粗粉碎を行い、平均粒径1mm〜500μm程度の粉末状態にしておくことが好ましい。

【0062】〔粉碎工程の説明〕本発明の合金は、例えば図4に示すようなビンディスクミル装置などを用いて粉碎することができる。図4は、本実施形態に使用するビンミル装置の一例を示す断面図である。このビンミル装置40はビンディスクミルであり、片面に複数のビン11が配列されたディスク（円盤）42aおよび42bを2枚対向させ、互いのビン41が衝突しないように配置されている。少なくとも一方の円盤42aおよび/または42bが高速で回転する。図4の例では、円盤42aが軸43の周りを回転する。回転する側の円盤42aの正面図を図5に示す。図5の円盤42a上では、ビン41が複数の同心円を描くように配列されている。固定されている円盤42bでも、ビン41は同心円を描くように配列されている。

【0063】ビンディスクミルによって粉碎されるべき被粉碎物は、投入口44から2枚の円盤が対向している隙間の空間内に送られ、回転する円盤42a上のビン41および停止している円盤42b上のビン41に衝突し、その衝撃によって粉碎されることになる。粉碎によって生成された粉末は矢印Aの方向に飛ばされ、最終的には1箇所に集められる。

【0064】本実施形態のビンミル装置40において、ビン41を支持する円盤42aおよび42bはステンレス鋼などから形成されているが、ビン41はタングステンカーバイド（WC）焼結体等の超硬合金材料から形成されている。超硬合金材料としては、WC焼結体以外にも、TiC、MoC、NbC、TaC、Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>等を好適に用いることができる。これらの超硬合金は、IVa、Va、およびVla族に属する金属の炭化物粉末をFe、Co、Ni、Mo、Cu、Pb、もしくはSnまたはこれらの合金を用いて結合した焼結体である。

【0065】本発明の場合、上記ビンミル装置を用いて平均粒径が1μm以上300μm以下となるような条件で粉碎を実行すれば、粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比が0.3以上1.0以下となる粉末を得ることができる。より望ましい平均粒径の範囲は、5μm以上200μm以下である。本発明で好適に用いられるビンミル装置は、ディスク上にビンが配列されたビンディスクミルに限定されず、例えば、円筒上にビンが配列された装置であってもよい。

【0066】〔磁石体の製造方法の説明〕まず、前述のようにして得られた磁石粉末にエポキシ樹脂からなるバインダーと添加剤とを加え、混練することによってコンパウンドを作製する。次に、コンパウンドの所望形状の成形空間を持つ成形装置によって圧縮成形した後、加熱硬

化工程、洗浄工程、コーティング工程、検査工程、着磁工程を経て、最終的なボンド磁石を得ることができる。

【0067】成形加工は、上述の圧縮成形に限定されるわけではなく、公知の押出成形、射出成形、または圧延成形によってもよい。磁石粉末は、採用する成形法の種類に応じてプラスチック樹脂やゴムと混練されることになる。

【0068】なお、射出成形による場合、樹脂として広く使用されているポリイミド（ナイロン）の他、PPSのように高軟化点樹脂を使用することができる。これは、本発明の磁石粉末が低希土類合金から形成されているため、酸化されにくく、比較的に高い温度で射出成形を行っても磁石特性が劣化しないからである。

【0069】また、本発明の磁石粉は酸化されにくいため、最終的な磁石表面を樹脂膜でコートする必要もない。従って、例えば、複雑な形状のスロットを持つ部品のスロット内に射出成形によって本発明の磁石粉末および溶融樹脂を圧入し、それによって複雑な形状の磁石を一体的に備えた部品を製造することが可能にある。

【0070】〔電気機器の説明〕本発明は、例えばIPM（Interior Permanent Magnet）型モータに対して好適に適用される。このIPM型モータは、本発明による磁石粉末を用いて作製したロータ一体型磁石を備えることができる。

【0071】好ましい実施形態におけるIPM型モータは、上記磁石粉末が高密度に充填されたボンド磁石を内蔵するロータコアと、このロータコアを囲むステータとを備えている。ロータコアには複数のスロットが形成されており、そのスロット内に、本発明の磁石が位置している。この磁石は、本発明による磁石粉末のコンパウンドを溶融し、ロータコアのスロット内へ直接に充填し、モールドしたものである。

【0072】なお、本発明の磁石は、この種のモータ以外にも、他の種類のモータやアクチュエータなど各種の電気機器に好適に用いられる。

【0073】（実施例）以下、本発明の実施例を説明する。

【0074】実施例No. 1〜No. 6の各々について、純度99.5%以上のFe、Co、B、Nd、およびPrをその総量が100グラムとなるように秤量し、石英るつば内に投入した。各実施例No. 1〜No. 6の組成は表1に示す通りとした。石英るつばは、底部に直径0.8mmのオリフィスを有しているため、上記原料は石英るつば内で溶解された後、合金溶湯となってオリフィスから下方に滴下することになる。原料の溶解は、圧力が2kPaのアルゴン雰囲気下において高周波加熱法を用いて行った。本実施例では、溶解温度を1350℃に設定した。

【0075】合金溶湯の湯面を32kPaで加圧することによって、オリフィスの下方0.8mmの位置にある

銅製ロールの外周面に対し溶湯を噴出させた。ロールは、その外周面の温度が室温程度に維持されるように内部が冷却されながら高速で回転する。このため、オリフィスから滴下した合金溶湯はロール周面に接触して熱を奪われつつ、周速度方向に飛ばされることになる。合金溶湯はオリフィスを介して連続的にロール周面上に滴下されるため、急冷によって凝固した合金は薄帯状に長く伸びたりボン（幅：2～5 mm、厚さ：70～300  $\mu$  m）の形態を持つことになる。

【0076】本実施例で採用する回転ロール法（単ロール法）の場合、冷却速度はロール周速度および単位時間当たりの溶湯流量によって規定される。なお、流量はオリフィス径（断面積）と溶湯圧力とに依存し、実施例ではオリフィスは直径0.8 mm、溶湯噴射圧は30 kPaとし、流下レートは約0.1 kg/秒であった。\*

\* 本実施例ではロール表面速度Vsを2～12 m/秒の範囲に設定した。得られた急冷合金薄帯の厚さは、85  $\mu$  m以上272  $\mu$  m以下の範囲にあった。

【0077】アモルファス相を含む急冷凝固合金とするためには、冷却速度は10<sup>3</sup> °C/秒以上であることが好ましく、この範囲の冷却速度を達成するには、ロール周速度を2 m/秒以上に設定することが好ましい。

【0078】こうして得た急冷合金の薄帯に対し、Cu K $\alpha$ の特性X線による分析を行った。実施例No. 2およびNo. 4についての粉末X線回折パターンを図3に示す。図3からわかるように、実施例No. 2およびNo. 4の急冷凝固合金は、非晶質組織とFe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>を含む金属組織を有している。

【0079】

【表1】

	No.	合金組成（原子%）				ロール表面速度 Vs(m/s)	熱処理温度 (°C)	合金厚 ( $\mu$ m)
		R	Fe	B	M			
実施例	1	Nd3	残部	18.5	-	12	620	87
	2	Nd4	残部	18.5	-	8	640	144
	3	Nd4.5	残部	17.0	Co1	2	650	255
	4	Nd5.5	残部	19.0	Co5+Cr5	6	680	170
	5	Nd2.5+Pr2	残部	16.0	Co3+Ga1	9	630	120
	6	Nd3.5+Dy1	残部	18.5	Co3+Si1	7	640	150
比較例	7	Nd3	残部	18.5	-	15	620	61
	8	Nd4.5	残部	17.0	Co1	20	650	30
	9	Nd3.5+Dy1	残部	18.5	Co3+Si1	30	640	22

【0080】表1において、例えば「R」と表示している欄の「Nd5.5」は希土類元素としてNdを5.5原子%添加したことを示しており、「Nd2.5+Pr2」は希土類元素としてNdを2.5原子%、Prを2原子%添加したことを示している。

【0081】次に、得られた急冷合金薄帯を粗粉碎し、平均粒径850  $\mu$  m以下の粉末を形成した後、表1に示す温度でアルゴン雰囲気中で10分間の熱処理を実

※行した。その後、ディスクミル装置によって粗粉碎粉を150  $\mu$  m以下に粉碎し、本発明の磁石粉末（磁石粉）を作製した。表2は、この磁石粉末の磁気特性、および、粒径40  $\mu$  m以上の粉末粒子の長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比（短軸/長軸）を示している。

【0082】

【表2】

	No.	磁石粉の磁気特性			短軸/長軸
		B <sub>r</sub> (T)	H <sub>cJ</sub> (kA/m)	(BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )	
実施例	1	1.22	245	76	0.33
	2	1.08	265	82	0.58
	3	1.11	300	95	0.83
	4	0.79	610	72	0.92
	5	1.20	310	98	0.44
	6	1.15	360	102	0.75
比較例	7	1.21	250	72	0.21
	8	1.09	305	89	0.14
	9	1.14	358	98	0.08

【0083】表2からわかるように、実施例No. 1～No. 6の磁石粉における短軸／長軸比は、何れも0.3以上1.0以下であった。

【0084】次に、上記の磁石粉末に2質量%のエポキシ樹脂を混練した後、 $5.9 \times 10^8 \text{ Pa}$ のプレス成形圧力にて直径10mm高さ7mmの円柱状成形体を作製した。その後、成形体に対して大気中にて150℃で1\*

\*時間のキュアリング処理を行い、ボンド磁石を作製した。表3に、このボンド磁石の磁石特性および磁粉充填密度を示す。ここで、磁粉充填密度は「磁粉の体積／ボンド磁石の体積」によって計算した。

【0085】

【表3】

	No.	圧縮成形ボンド磁石の磁気特性			磁粉充填率 (%)
		$B_r(\text{T})$	$H_{cJ}(\text{kA/m})$	$(BH)_{\max}(\text{kJ/m}^3)$	
実施例	1	0.99	243	56	81
	2	0.89	264	61	82
	3	0.93	297	71	84
	4	0.67	598	54	85
	5	0.98	310	72	82
	6	0.95	358	76	83
比較例	7	0.93	248	50	77
	8	0.83	299	59	76
	9	0.86	354	65	75

【0086】表3からわかるように、本発明による圧縮成形ボンド磁石では80%以上の高い磁粉充填率が達成されている。

【0087】(比較例)表1の比較例No. 7～9は、上記実施例について説明した工程と同様の工程によって作製した。実施例との相違点は、合金溶湯の急冷に際してロール表面速度を15m/秒以上30m/秒以下に調節し、それによって急冷合金薄帯の厚さを20μm以上65μm以下にした点にある。

【0088】比較例について、磁石粉の磁気特性および短軸／長軸比を表2に示し、圧縮成形ボンド磁石の磁石特性および磁粉充填率を表3に示す。表2からわかるように、比較例の短軸／長軸比は0.3未満である。また、表3からわかるように、比較例の磁粉充填率は80%未満である。なお、ここでの磁粉充填率は、磁石粉末体積／ボンド磁石体積で示される。

【0089】図6は、本発明による粉末を圧縮成形して作製したボンド磁石の断面SEM写真である。これに対して、図7は、MQI社製の製品名MQP-Bの粉末を圧縮成形して作製したボンド磁石(比較例)の断面SEM写真である。本発明による場合、粒径が40μm以上の粉末粒子の60重量%以上が0.3以上の短軸／長軸比を有している。比較例の場合、粒径が0.5μm以下の粉末粒子の中には0.3以上の短軸／長軸比を有しているものも含まれているかもしれないが、粒径が40μm以上の粉末粒子の大半は0.3未満の短軸／長軸比を有している。

【0090】

【発明の効果】本発明によれば、成形時における充填性

および流動性を改善した鉄基合金永久磁石粉末が得られる。この鉄基合金永久磁石粉末を用いることによって、磁粉充填率が改善されたボンド磁石および当該ボンド磁石を備えた電気機器が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は、本発明に関して粉碎前の合金薄帯および粉碎後の粉末粒子を模式的に示す斜視図であり、

(b)は、従来技術に関して粉碎前の合金薄帯および粉碎後の粉末粒子を模式的に示す斜視図である。

【図2】(a)は、本発明に好適に使用され得るメルトスピニング装置(単ロール装置)の一構成例を示す図であり、(b)は、その部分拡大図である。

【図3】本発明の実施例に関する粉末X線回折パターンを示すグラフである。

【図4】本発明で用いられるピンミル装置の構成を示す図である。

【図5】図4のピンミル装置のピン配列を示す図である。

【図6】本発明によるボンド磁石の断面SEM写真である。

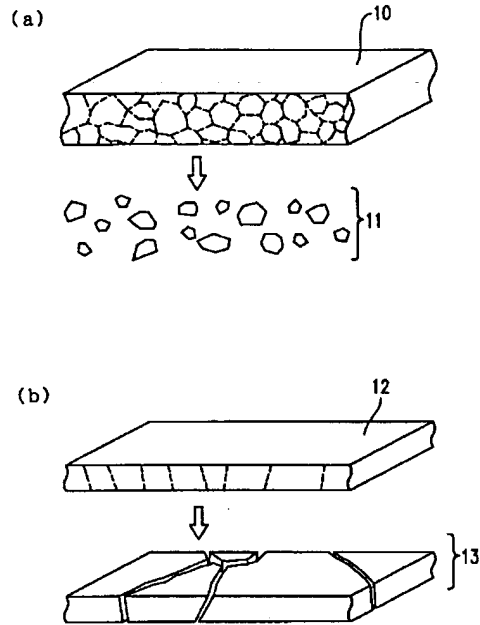
【図7】比較例のボンド磁石の断面SEM写真である。

【符号の説明】

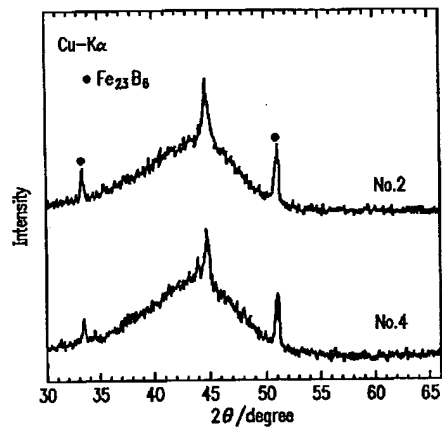
- 1 溶解室
- 2 急冷室
- 3 溶解炉
- 4 貯湯容器
- 5 出湯ノズル
- 6 ロート
- 7 回転冷却ロール

17  
 1 a、2 a、8 a ガス排気口  
 10 本発明の場合の合金薄帯  
 11 本発明による粉末粒子

【図1】

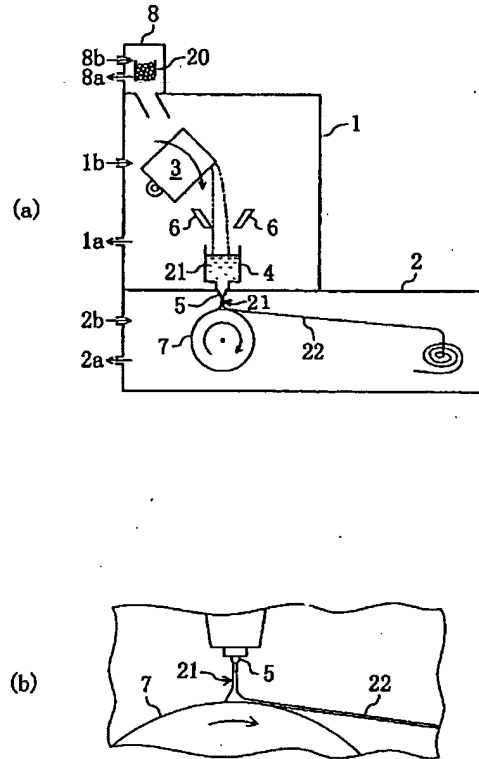


【図3】

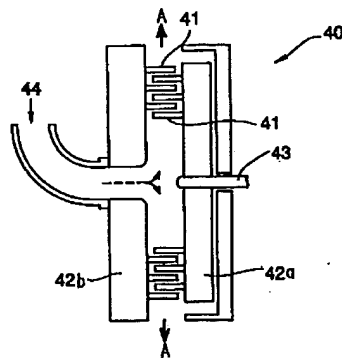


18  
 \* 12 従来技術の場合の合金薄帯  
 13 従来技術による粉末粒子  
 \* 20 原料

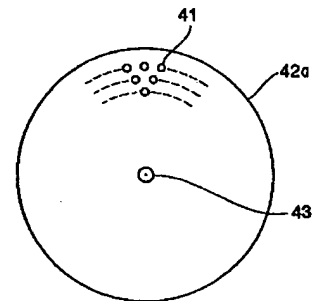
【図2】



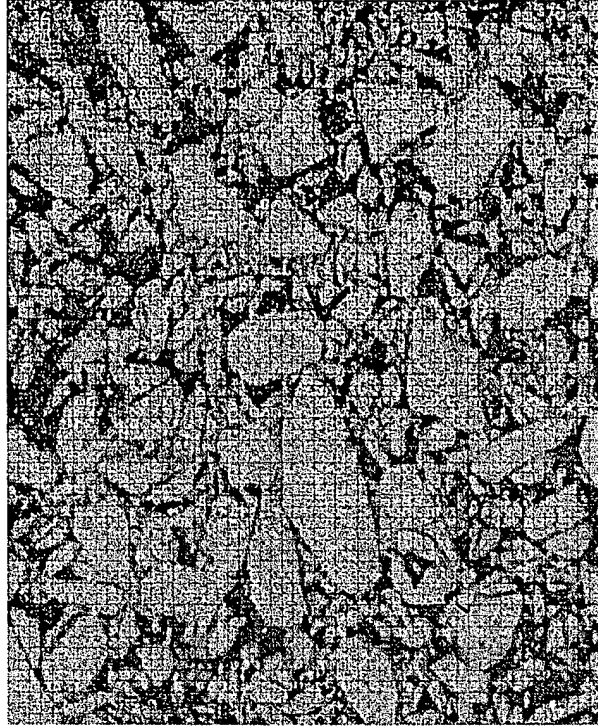
【図4】



【図5】



【図6】



【図7】




---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターマコード (参考)
C 2 2 C 38/00	3 0 3	H 0 1 F 1/08	A
H 0 1 F 1/04		41/02	G
1/08		1/06	A
41/02		1/04	

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The cooling process which cools the molten metal of a Fe-R-B system alloy with a quenching method, and forms a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] rapid solidification alloy by it, Mean particle diameter the process which generates the alloy which crystallizes said rapid solidification alloy by heat treatment, and has a permanent magnet property, and by grinding said alloy by 50 micrometers or more 300 micrometers or less And the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder which includes the process in which the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of a powder particle forms or more 0.3 1.0 or less powder.

[Claim 2] The manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 1 which includes further the process which carries out coarse grinding of said rapid solidification alloy before said heat treatment.

[Claim 3] Said grinding is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 1 performed with pin mill equipment.

[Claim 4] Said rapid solidification alloy is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder containing at least one metastable phase chosen from the group which consists of Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, Fe<sub>3</sub>B, R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, and R<sub>2</sub>Fe<sub>23</sub>B<sub>3</sub> before said heat treatment, and/or an amorphous phase according to claim 1.

[Claim 5] The alloy which has said permanent magnet property is Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>By (R). It is the permanent magnet expressed with the empirical formula of at least one sort of rare earth elements chosen from the group which consists of Pr, Nd, Dy, and Tb. x in said empirical formula and y satisfy the relation of  $x \leq 1 \text{ atom } \% \leq 6 \text{ atom } \%$  and  $15 \text{ atom } \% \leq y \leq 25 \text{ atom } \%$ . As a configuration phase The manufacture approach of iron

machine alloy permanent magnet powder according to claim 1 that the diameter of average crystal grain of each configuration phase is 150nm or less including the alloy of Fe, Fe, and B, and the compound which has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure.

[Claim 6] The manufacture approach of iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 1 that roll surface velocity contacts said molten metal on the roll which rotates a second in the range 1m /or more 13m [/second ] or less, and forms said rapid solidification alloy by it in said cooling process.

[Claim 7] Said cooling process is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 6 which includes the process which quenches the molten metal of said Fe-R-B system alloy under a reduced pressure ambient atmosphere.

[Claim 8] The absolute pressure of said reduced pressure ambient atmosphere is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 7 characterized by being 50 or less kPas.

[Claim 9] Said alloy crystalized by said heat treatment is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 1 which is a nano composite magnet.

[Claim 10] The manufacture approach of the bond magnet which includes the process which prepares said iron machine alloy permanent magnet powder manufactured by the manufacture approach of iron machine alloy permanent magnet powder given in any of claims 1-9 they are, and the process which fabricates said iron machine alloy permanent magnet powder.

[Claim 11] The manufacture approach of the bond magnet according to claim 10 characterized by fabricating said iron machine alloy permanent magnet powder by the filling factor which exceeds 80% by compression forming.

[Claim 12] The manufacture approach of the bond magnet according to claim 10 characterized by fabricating said iron machine alloy permanent magnet powder by the filling factor which exceeds 65% by the injection-molding method.

[Claim 13]  $Fe_{100-x-y}R_xB_y$  (Fe boron and R for iron and B) It is the iron machine alloy permanent magnet powder expressed with the empirical formula of at least one sort of rare earth elements chosen from the group which consists of Pr, Nd, Dy, and Tb. x in said empirical formula and y satisfy the relation of  $x \leq 1 \text{ atom } \% \leq 6 \text{ atom } \%$  and  $15 \text{ atom } \% \leq y \leq 25 \text{ atom } \%$ . As a configuration phase For 150nm or less and mean particle diameter, the ratio [ as opposed to / the diameter of average crystal grain of each configuration phase is 300 micrometers or less, and / the



powdered direction size of a major axis ] of the direction size of a minor axis is 1.0 or less or more 0.3 iron machine alloy permanent magnet powder including the alloy of Fe, Fe, and B, and the compound which has the R2Fe14B mold crystal structure.

[Claim 14] The bond magnet containing iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 13.

[Claim 15] The electrical machinery and apparatus equipped with the bond magnet according to claim 14.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

#### DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the powder and its manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet optimal as a magnet used for electrical machinery and apparatus, such as various motors, an actuator, a loudspeaker, meter, and a focal convergence ring. Moreover, this invention relates to the various electrical machinery and apparatus equipped with the bond magnet produced from the above-mentioned magnet powder, and the bond magnet concerned.

[0002]

[Description of the Prior Art] The nano composite magnet of a Fe-R-B system alloy system is an iron machine alloy permanent magnet which the microcrystal of the iron machine boride which are soft magnetic phases, such as for example, Fe3B and Fe23 B6, and the microcrystal of the R2Fe14 B phase which is a hard magnetic phase were distributed in the same metal texture at homogeneity, and both combined magnetically by the exchange interaction.

[0003] A nano composite magnet can demonstrate the magnet property which

was excellent with magnetic association between a soft magnetic phase and a hard magnetic phase, though a soft magnetic phase is included. Moreover, the content of rare earth elements R is low stopped as a whole as a result of existence of the soft magnetic phase which does not contain the rare earth elements R, such as Nd. This is convenient, also when reducing a magnetic manufacturing cost and supplying a magnet to stability.

[0004] Such a nano composite magnet is produced by performing suitable heat treatment, after making the fused raw material alloy solidify with a quenching method. In case raw material \*\*\*\*\* is quenched, the single rolling method is used in many cases. The single rolling method is the approach of making it cool and solidify by making the cooling roller turning around an alloy molten metal contact. When based on this approach, the configuration of a quenching alloy becomes what was extended in the shape of a thin band (ribbon) along the peripheral-velocity direction of a cooling roller.

[0005] Carrying out [ second ] roll surface velocity in 15m /or more, and producing a quenching alloy thin band with a thickness of 50 micrometers or less from the former, is performed. Thus, after a permanent magnet property is given by heat treatment, the produced quenching alloy thin band is ground so that mean particle diameter may be set to 300 micrometers or less, and serves as magnet powder. This magnet powder will constitute the permanent magnet object which has a request configuration with compression molding or injection molding.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] When a quenching alloy thin band with a thickness of 50 micrometers or less thin in comparison is ground and mean particle diameter produces powder 300 micrometers or less, the configuration of the obtained powder particle will become flat. Therefore, the magnet powder produced by the above-mentioned conventional technique has the restoration nature at the time of shaping, and a bad fluidity, and, as for a magnetic powder filling factor (magnetic powder volume / bond magnet volume), in the case of compression molding, the highest is also 65% a maximum of 80% in the case of injection molding. In order for this magnetic powder filling factor to affect the property of the permanent magnet object which is a final product and to improve a permanent magnet property, to raise a magnetic powder filling factor is desired strongly.

[0007] This invention is made in view of these many points, and the main purpose is in offering the iron machine alloy permanent magnet powder which has improved the restoration nature and the fluidity at the time

of shaping, and its manufacture approach by making particle shape near spherically from a flat thing.

[0008] Moreover, other purposes of this invention are to offer the electrical machinery and apparatus equipped with the bond magnet which enabled it to demonstrate the permanent magnet property which was excellent by improving a magnetic powder filling factor, and the bond magnet concerned using the above-mentioned iron machine alloy permanent magnet powder.

[0009]

[Means for Solving the Problem] The manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder by this invention The cooling process which cools the molten metal of a Fe-R-B system alloy with a quenching method, and forms a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] rapid solidification alloy by it, Mean particle diameter the process which generates the alloy which crystallizes said rapid solidification alloy and has a permanent magnet property by heat treatment, and by grinding said alloy by 50 micrometers or more 300 micrometers or less And the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of a powder particle includes the process which forms or more 0.3 1.0 or less powder.

[0010] In a desirable operation gestalt, the process which carries out coarse grinding of said rapid solidification alloy before said heat treatment is performed further.

[0011] It is desirable to perform said grinding with pin mill equipment.

[0012] In a desirable operation gestalt, said rapid solidification alloy contains the metal texture containing at least one metastable phase chosen from the group which consists of Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, Fe<sub>3</sub>B, R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, and R<sub>2</sub>Fe<sub>23</sub>B<sub>3</sub> before said heat treatment, and/or an amorphous phase.

[0013] In a desirable operation gestalt, the alloy which has said permanent magnet property It is the permanent magnet expressed with the empirical formula of Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub> (at least one sort of rare earth elements chosen from the group which R becomes from Pr, Nd, Dy, and Tb). The diameter of average crystal grain of each configuration phase is 150nm or less including the compound with which x in said empirical formula and y satisfy the relation between  $x \leq 1 \text{ atom } \% \leq 6 \text{ atom } \%$  and  $15 \text{ atom } \% \leq y \leq 25 \text{ atom } \%$ , and have the alloy of Fe, Fe, and B, and the R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B mold crystal structure as a configuration phase.

[0014] In said cooling process, it is desirable that roll surface velocity contacts said molten metal on the roll which rotates a second in the range 1m /or more 13m [/second ] or less, and forms said rapid solidification alloy by it.

[0015] As for said cooling process, it is desirable to include the process which quenches the molten metal of said Fe-R-B system alloy under a reduced pressure ambient atmosphere.

[0016] As for the absolute pressure of said reduced pressure ambient atmosphere, it is desirable that they are 50 or less kPas.

[0017] In a desirable operation gestalt, said alloy crystalized by said heat treatment is a nano composite magnet.

[0018] The manufacture approach of the bond magnet by this invention includes the process which prepares said iron machine alloy permanent magnet powder by the manufacture approach of which the above-mentioned iron machine alloy permanent magnet powder, and the process which fabricates said iron machine alloy permanent magnet powder.

[0019] With a desirable operation gestalt, said iron machine alloy permanent magnet powder is fabricated by the filling factor which exceeds 80% by compression forming.

[0020] With a desirable operation gestalt, said iron machine alloy permanent magnet powder is fabricated by the filling factor which exceeds 65% by the injection-molding method.

[0021] The iron machine alloy permanent magnet powder by this invention is  $\text{Fe}_{100-x-y}\text{R}_x\text{B}_y$  (Fe boron and R for iron and B). It is the iron machine alloy permanent magnet powder expressed with the empirical formula of at least one sort of rare earth elements chosen from the group which consists of Pr, Nd, Dy, and Tb. x in said empirical formula and y satisfy the relation of  $x \leq 1 \text{ atom } \% \leq 6 \text{ atom } \%$  and  $15 \text{ atom } \% \leq y \leq 25 \text{ atom } \%$ . As a configuration phase The diameter of average crystal grain of each configuration phase of 150nm or less and mean particle diameter is 300 micrometers or less including the alloy of Fe, Fe, and B, and the compound which has the  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold crystal structure, and the ratio of the direction size of a minor axis to the powdered direction size of a major axis is 1.0 or less [ 0.3 or more ].

[0022] The bond magnet by this invention contains the above-mentioned iron machine alloy permanent magnet powder. When based on compression forming, the filling factor exceeding 80% is shown, and when based on an injection-molding method, the filling factor exceeding 65% is shown.

[0023] The electrical machinery and apparatus by this invention is equipped with the above-mentioned bond magnet.

[0024]

[Embodiment of the Invention] In this invention, first, the molten metal of a Fe-R-B system alloy is cooled with quenching methods, such as the jet cast method and the strip cast method, and a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] rapid solidification alloy is

formed by it. Next, after giving a permanent magnet property to a rapid solidification alloy by heat treatment, the ratio [ as opposed to the direction size of a major axis of a powder particle in mean particle diameter ] of the direction size of a minor axis forms or more 0.3 1.0 or less powder by 50 micrometers or more 300 micrometers or less by grinding this alloy. According to this invention, it is possible to make the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis or less [ 0.3 or more ] into 1.0 about 60% of the weight or more of the particle of the particle to which particle size exceeds 50 micrometers in powder.

[0025] As a Fe-R-B system alloy,  $\text{Fe}_{100-x-y}\text{R}_x\text{B}_y$  (they are at least one sort of rare earth elements chosen from the group which iron becomes in Fe and boron and R become from Pr, Nd, Dy, and Tb in B) is used suitably. x in the above-mentioned empirical formula in a desirable operation gestalt and y satisfy the relation of  $x \leq 1 \text{ atom } \% \leq 6 \text{ atom } \%$  and  $15 \text{ atom } \% \leq y \leq 25 \text{ atom } \%$ . the alloy molten metal of the above-mentioned presentation with a desirable operation gestalt -- melt quenching (melt-quenching) -- it cools by law, and after forming the rapid solidification alloy containing an amorphous phase, by heating this rapid solidification alloy, a microcrystal can be formed into a configuration phase and can be manufactured. In order to obtain a uniform organization, as for forced cooling, it is desirable to carry out under a reduced pressure ambient atmosphere. With a desirable operation gestalt, an alloy molten metal is contacted to a cooling roller, and a rapid solidification alloy is formed by it.

[0026] In this invention, thickness of the alloy thin band just behind rapid solidification is set to 80 micrometers or more 300 micrometers or less as mentioned above. When using melt spinning processes, such as the single rolling method, the thickness of the alloy thin band just behind rapid solidification can be controlled to 80 micrometers or more 300 micrometers or less by adjusting the surface velocity of a cooling roller within the limits of 1m /or more 13m/second or less a second. The reason for adjusting the thickness of an alloy thin band in this way is explained below.

[0027] If roll surface velocity is less than a second in 1m /, the thickness of a quenching alloy thin band will become thick exceeding 300 micrometers, but since a quenching alloy organization with many big and rough  $\alpha\text{-Fe}$  and  $\text{Fe}_2\text{Bs}$  is formed, even if it heat-treats,  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  which is a hard magnetism phase does not deposit, and a permanent magnet property is not demonstrated.

[0028] On the other hand, if roll surface velocity exceeds a second in

13m /, while the thickness of a quenching alloy thin band will be less than 80 micrometers and will become thin, at the grinding process after heat treatment, it becomes easy to fracture along a direction (the thickness direction of an alloy thin band) almost perpendicular to the roll contact surface. Consequently, a quenching alloy thin band tends to be broken into a flat configuration, and the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of the obtained powder particle becomes less than 0.3. It is difficult to improve a magnetic powder filling factor by the flat powder particle so that the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis may be less than 0.3.

[0029] From the above thing, with the desirable operation gestalt, roll surface velocity was adjusted and the thickness of a quenching alloy thin band is set as the 80-micrometer or more range of 300 micrometers or less. Consequently, it enables the ratio [ as opposed to the direction size of a major axis in mean particle diameter ] of the direction size of a minor axis to manufacture 1.0 or less or more 0.3 magnet powder by 300 micrometers or less according to a grinding process. The still more desirable range of this ratio is 1.0 or less [ 0.4 or more ].

[0030] In addition, the rapid solidification alloy may have the metal texture which was chosen from the group which has the amorphous organization before heat treatment for crystallization, or consists of Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, Fe<sub>3</sub>B, R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, and R<sub>2</sub>Fe<sub>23</sub>B<sub>3</sub> and where one metastable phase and amorphous phase are intermingled at least. When a cooling rate is quick, the rate of a metastable phase decreases and its rate of an amorphous phase increases.

[0031] The microcrystal generated by heat treatment to a rapid solidification alloy is formed from the alloy of iron, iron, and boron, the compound which has the R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B mold crystal structure. As for the diameter of average crystal grain of each configuration phase, it is desirable that it is 150nm or less. The more desirable diameter of average crystal grain of each configuration phase is 100nm or less, and the still more desirable diameter of average crystal grain is 60nm or less. According to this invention, since the alloy thin band before grinding (thickness: 80-300 micrometers) consists of above-mentioned microcrystals, it is easy to fracture in the direction of versatility according to a grinding process. Consequently, it is thought that a near powder particle becomes is easy to be obtained spherically. That is, according to this invention, the powder particle extended for a long time along fixed bearing is not obtained, but the powder particle of a

homaxial configuration, i.e., the configuration near a globular form, is formed.

[0032] On the other hand, when roll surface velocity is made quick and thickness of an alloy thin band is made thinner than 80 micrometers, there is an inclination for the metal texture of an alloy thin band to gather with bearing perpendicular to the roll contact surface as mentioned above. Therefore, the powder particle which becomes easy to fracture along the bearing and was obtained by grinding tends to serve as a configuration extended for a long time along the direction parallel to the front face of an alloy thin band, and the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of a powder particle becomes less than 0.3.

[0033] Drawing 1 (a) indicates the powder particle 11 after a grinding process typically to be the alloy thin band 10 in front of the grinding process of the magnet powder manufacture approach by this invention. On the other hand, drawing 1 (b) indicates the powder particle 13 after a grinding process typically to be the alloy thin band 12 in front of the grinding process of the magnet powder manufacture approach by the above-mentioned conventional technique.

[0034] As shown in drawing 1 (a), since the alloy thin band 10 before grinding is constituted by equiaxed grain with a small particle size, it is easy to fracture along random bearing, and the homaxial powder particle 11 is easy to be generated in the case of this invention. On the other hand, since it is easy to fracture in the case of the conventional technique in the almost perpendicular direction to the front face of the alloy thin band 12 as shown in drawing 1 (b), the configuration of a particle 13 will become flat.

[0035] In addition, if the rapid solidification of an alloy molten metal is performed under a reduced pressure ambient atmosphere, although the amounts of rare earth metals are few, it becomes possible to produce the permanent magnet in which the magnetic properties which could form in homogeneity the microcrystal (mean particle diameter of 150nm or less) of the compound which has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure, consequently were excellent are shown.

[0036] Since the cooling rate of a molten metal becomes an ununiformity when cooling the alloy molten metal of the above-mentioned presentation under an ordinary pressure ambient atmosphere, the crystal of  $\alpha$ -Fe is easy to be generated and it becomes impossible on the other hand, to generate the compound which has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure. Moreover, if heat treatment for crystallization is performed in order that the ununiformity of a cooling rate may cause generating of an

ununiformity phase, it will also cause the problem that crystal grain will make it big and rough.

[0037] Moreover, in the permanent magnet powder of this invention, the soft magnetism phase which consists of an alloy of iron, iron, and boron, and the hard magnetism compound phase which has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure were intermingled, and since the diameter of average crystal grain of each configuration phase is small, switched connection has become strong.

[0038] The [reason for presentation limitation] rare earth elements R are elements indispensable to  $R_2Fe_{14}B$  which is a hard magnetism phase required in order to discover a permanent magnet property. The compound phase in which the content (x) of R has the  $R_2Fe_{14}B$  mold crystal structure under by 1 atom % cannot be deposited, but the coercive force manifestation effectiveness is small. Moreover, if 6 atom % is exceeded,  $R_2Fe_{14}B$  which is a hard magnetism phase will not be generated, but coercive force will decline remarkably. For this reason, as for the presentation ratio y of rare earth elements R, it is desirable for it to be necessary to satisfy  $1 \text{ atom \%} \leq x \leq 6 \text{ atom \%}$ , and to satisfy  $2 \text{ atom \%} \leq x \leq 5.7 \text{ atom \%}$ .

[0039] Boron (B) is an element indispensable to iron machine borides which are the soft magnetism phases of a permanent magnet ingredient, such as  $Fe_3B$  and  $Fe_{23}B_6$ , and  $R_2Fe_{14}B$  which is a hard magnetism phase. Even if the content (presentation ratio y) of B quenches a molten metal alloy with a melt quenching method under by 15 atom %, it is hard to obtain an amorphous organization. Therefore, if a rapid solidification alloy is formed on the conditions which thickness consists of within the limits of 70 micrometers or more 300 micrometers or less when carrying out the rapid solidification of the molten metal of a raw material alloy by the single rolling method, even if it heat-treats, sufficient permanent magnet property will not be discovered [ a desirable metal texture is not generated, and ]. Moreover, if 25 atom % is exceeded, since the remanence ratio of a demagnetization curve will fall remarkably and a residual magnetic flux density  $B_r$  will fall, it is not desirable. For this reason, as for the boron presentation ratio x, it is desirable for it to be necessary to satisfy  $15 \text{ atom \%} \leq x \leq 25 \text{ atom \%}$ , and to satisfy  $16 \text{ atom \%} \leq y \leq 20 \text{ atom \%}$ . In addition, a part of B may be permuted by C (carbon).

[0040] In addition, in a raw material, Element M (at least one sort of elements chosen from the group which consists of aluminum, Si, Ti, V, Cr, Mn, nickel, Cu, Zn, Ga, Zr, Nb, Mo, Ag, Hf, Ta, W, Pt, Au, and Pb) may be added. Addition of Element M brings about effectiveness, such as



improvement in remanence ratio  $J_r/J_s$ , and expansion of the operating temperature limits which can demonstrate the optimal magnetic properties. If such effectiveness is not fully demonstrated but the content of Element M exceeds 7 atom % under by 0.05 atom %, magnetization will begin to fall. For this reason, as for the presentation ratio  $z$  of an alloying element M, it is desirable for it to be necessary to satisfy  $0.05 \text{ atom \%} \leq z \leq 7 \text{ atom \%}$ , and to satisfy  $0.2 \text{ atom \%} \leq z \leq \text{pentatomic \%}$ . [0041] Furthermore, cobalt (Co) may be added in a raw material. By permuting by a part of Fe, Co improves a remanence ratio and demonstrates the effectiveness of raising a maximum energy product. For this reason, it is desirable to add Co to raise especially a remanence ratio.

[0042] In addition, Fe occupies the content remainder of the above-mentioned element.

[0043] Next, a desirable operation gestalt is explained to a detail about the manufacture approach of the iron machine permanent magnet alloy powder by this invention.

[0044] First, the raw material expressed with the above-mentioned empirical formula is prepared, and an alloy molten metal is produced by carrying out heating fusion of this raw material. This alloy molten metal is quenched by the melt quenching method, and the rapid solidification alloy containing an amorphous phase is formed. It is also possible to use the strip cast method other than a melt spinning process using the single rolling method as a melt quenching method. In addition, if a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] quenching alloy can be formed, it is also possible to use the molten metal coagulation equipment using a congruence roll.

[0045] With [explanation of quenching equipment] book operation gestalt, a raw material alloy is manufactured using the melt spinning equipment shown, for example in drawing 2 . In order to prevent oxidation of the raw material alloy containing the rare earth elements which are easy to oxidize, an alloy production process is performed in an inert gas ambient atmosphere. It is desirable to use rare gas, such as helium or an argon, as inert gas. In addition, in order that nitrogen may tend to react with rare earth elements, using as inert gas is not desirable.

[0046] The equipment of drawing 2 held the vacuum or the inert gas ambient atmosphere, and is equipped with the dissolution room 1 and the quenching room 2 of the raw material alloy which can adjust the pressure.

[0047] The dissolution room 1 is equipped with the fusion furnace 3 which dissolves the raw material 20 blended so that it might become a desired magnet alloy presentation at an elevated temperature, the hot-

water-storing container 4 which has the tapping nozzle 5 at the pars basilaris ossis occipitalis, and the combination feeding equipment 8 for supplying a feed ingredient in a fusion furnace 3, controlling atmospheric penetration. The hot-water-storing container 4 stores the molten metal 21 of a raw material alloy, and has the heating apparatus (un-illustrating) which can maintain the tapping temperature on predetermined level.

[0048] The quenching room 2 is equipped with the rotation cooling roller 7 for carrying out the rapid solidification of the molten metal 21 which came out of the tapping nozzle 5.

[0049] In this equipment, the ambient atmosphere in the dissolution room 1 and the quenching room 2 and its pressure are controlled by the predetermined range. Therefore, controlled atmosphere feed hopper 1b, 2b and 8b, and the flueing openings 1a, 2a, and 8a are formed in the suitable part of equipment. Especially flueing opening 2a is connected to the pump in order to control the absolute pressure in the quenching room 2 within the limits of vacuum -50kPa.

[0050] A fusion furnace 3 can be tilted and pours in a molten metal 21 suitably in the hot-water-storing container 4 through a funnel 6. A molten metal 21 is heated by non-illustrated heating apparatus in the hot-water-storing container 4.

[0051] The tapping nozzle 5 of the hot-water-storing container 4 is arranged at the septum of the dissolution room 1 and the quenching room 2, and makes the front face of a cooling roller 7 in which it is located caudad flow down the molten metal 21 in the hot-water-storing container 4. The diameter of an orifice of the tapping nozzle 5 is 0.5-2.0mm. With this operation gestalt, when the viscosity of a molten metal 21 is large, although a molten metal 21 stops being able to flow easily in the inside of the tapping nozzle 5, in order to hold the quenching room 2 in the pressure condition lower than the dissolution room 1, differential pressure is formed between the dissolution room 1 and the quenching room 2, and tapping of a molten metal 21 is performed smoothly.

[0052] As for a cooling roller 7, it is desirable to form from the alloy containing Cu, Fe or Cu, or Fe. If a cooling roller is produced with ingredients other than Cu or Fe, since the detachability over the cooling roller of a quenching alloy will worsen, it is [ a possibility that a quenching alloy may coil around a roll ] and is not desirable. The diameter of a cooling roller 7 is 300-500mm. The water-cooled capacity of a water cooler established in the cooling roller 7 is computed and adjusted according to the coagulation latent heat and the amount of tapping per unit time amount.

[0053] The front face of a cooling roller 7 is covered for example, in the chrome plating layer. the surface roughness of a cooling roller 7 -- center line average-of-roughness-height  $Ra \leq 0.8$  micrometer, maximum  $R_{max} \leq 3.2$  micrometer, and 10 -- it is desirable that it is point average-of-roughness-height  $Rz \leq 3.2$  micrometer. If the front face of a cooling roller 7 is coarse, since a quenching alloy tends to stick to a roll, it is not desirable.

[0054] According to the equipment shown in drawing 2 , the rapid solidification of a total of the 20kg raw material alloy can be carried out, for example in 15 - 30 minutes. In this way, the formed quenching alloy is the alloy thin band (thickness: 80 micrometer-300 micrometer and width-of-face: 2mm-6mm) (alloy ribbon) 22. [explanation of the quenching approach] -- the molten metal 21 of the raw material alloy expressed with the above-mentioned empirical formula is produced first, and it stores in the hot-water-storing container 4 of the dissolution room 1 of drawing 2 . Next, tapping of this molten metal 21 is carried out from the tapping nozzle 5 on the water-cooled roll 7 in a reduced pressure Ar ambient atmosphere, and contact on the water-cooled roll 7 quenches it, and it is solidified. It is necessary to use the approach in which highly precise control of a cooling rate is possible as the rapid solidification approach.

[0055] With this operation gestalt, a cooling rate is carried out in 103-105 degrees C/second on the occasion of the cooling coagulation of a molten metal 21. Only  $T_1$  reduces the temperature of an alloy to low temperature with this cooling rate. Since the temperature of the alloy molten metal 21 before quenching is in the temperature (for example, 1200-1300 degrees C) near the melting point  $T_m$ , the temperature of an alloy falls to  $(T_m - T_1)$  from  $T_m$  on a cooling roller 7. According to the experiment of an invention-in-this-application person, it is desirable that  $T_1$  is within the limits of 700-1100 degrees C from a viewpoint of raising a final magnet property.

[0056] The time amount by which the molten metal 21 of an alloy is cooled with a cooling roller 7 is equivalent to time amount after the periphery surface alloys of the rotating cooling roller 7 contact until it separates, and, in the case of this operation gestalt, it is 0.05 - 50 ms. Between them, the temperature of an alloy falls and solidifies only  $T_2$  further. Then, the solidified alloy separates from a cooling roller 7, and flies the inside of an inert atmosphere. As a result of heat's being taken by the controlled atmosphere while the alloy is flying with thin band-like one, the temperature falls to  $(T_m - T_1 - T_2)$ . Although  $T_2$  change with the size of equipment, or the pressures of a

controlled atmosphere, they are about 100 degrees C or more than it.

[0057] In addition, the ambient atmosphere in the quenching room 2 is changed into a reduced pressure condition. As for an ambient atmosphere, it is desirable that absolute pressure consists of inert gas of 50 or less kPas. In addition, since the effect of a controlled atmosphere being involved in between a roll kneader and an alloy molten metal becomes remarkable when the pressure of a controlled atmosphere exceeds 50kPa(s), and a possibility that a uniform organization may not be obtained becomes strong, it is not desirable.

[0058] In this invention, the thickness of a quenching alloy thin band is set as the 80-micrometer or more range of 300 micrometers or less by adjusting roll surface velocity a second within the limits of 1m /or more 13m/second or less. Since the diameter of average crystal grain becomes [ roll surface peripheral velocity ] large too much in a second in less than 1m /and the target magnetic properties are no longer acquired, it is not desirable. On the other hand, if roll surface peripheral velocity exceeds a second in 13m /, the thickness of a quenching alloy thin band will be less than 70 micrometers, and the ratio (a minor axis/major axis) of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis will be obtained only for less than 0.3 powder particle at the grinding process explained later.

[0059] After performing [explanation of heat treatment] quenching process, the diameter of average crystal grain generates the microcrystal which is 100nm or less by performing heat-of-crystallization processing to a quenching alloy. As for this heat treatment, it is more preferably desirable to heat 30 seconds or more at the temperature of 500 degrees C - 700 degrees C 400 degrees C - 700 degrees C. If heat treatment temperature exceeds 700 degrees C, grain growth will be remarkable and magnetic properties will deteriorate. On the contrary, since R2Fe14 B phase does not deposit [ heat treatment temperature ] at less than 400 degrees C, high coercive force is not acquired.

[0060] If it heat-treats on condition that the above, a microcrystal (the alloy of iron, iron, and boron and compound which has the R2Fe14B mold crystal structure) can be formed so that the diameter of average crystal grain may be set to 150nm or less. Although desirable heat treatment time amount differs depending on heat treatment temperature, when heat-treating, for example at 600 degrees C, it is desirable to perform heating for 30 seconds - about 30 minutes. Crystallization may not be completed if heat treatment time amount is less than 30 seconds.

[0061] In addition, before heat-treating, it is desirable to perform

coarse grinding and to change into a powder condition with a mean particle diameter of 1mm - about 500 micrometers.

[0062] The alloy of [explanation of grinding process] this invention can be ground using pin disc mill equipment as shown in drawing 4 etc. Drawing 4 is the sectional view showing an example of the pin mill equipment used for this operation gestalt. This pin mill equipment 40 is a pin disc mill, it makes two disks (disk) 42a and 42b with which two or more pins 41 were arranged by one side counter, and it is arranged so that the mutual pin 41 may not collide. One [ at least ] disk 42a and/or 42b rotate at high speed. Disk 42a revolves around a shaft 43 in the example of drawing 4 . The rotating front view of near disk 42a is shown in drawing 5 . On disk 42a of drawing 5 , it is arranged so that a pin 41 may draw two or more concentric circles. It is arranged so that, as for a pin 41, disk 42b currently fixed may also draw a concentric circle.

[0063] The ground object which should be ground by the pin disc mill is sent in in the space of the clearance where the disk of two sheets has countered from input port 44, will collide with the pin 41 on rotating disk 42a, and the pin 41 on stopped disk 42b, and will be ground by the impact. The powder generated by grinding is flown in the direction of an arrow head A, and, finally is brought together in one place.

[0064] In the pin mill equipment 40 of this operation gestalt, although the disks 42a and 42b which support a pin 41 are formed from stainless steel etc., the pin 41 is formed from cemented carbide ingredients, such as a tungsten-carbide (WC) sintered compact. As a cemented carbide ingredient, TiC, MoC, NbC, TaC, and Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> grade can be suitably used besides WC sintered compact. These cemented carbide is the sintered compacts which combined IVa, Va, and the carbide powder of the metal belonging to a VIa group using Fe, Co, nickel, Mo, Cu, Pb, Sn, or these alloys.

[0065] If grinding is performed on conditions from which mean particle diameter is set to 1 micrometers or more 300 micrometers or less using the above-mentioned pin mill equipment in the case of this invention, the ratio of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of a particle can obtain or more 0.3 the powder which becomes 1.0 or less. The range of more desirable mean particle diameter is 5 micrometers or more 200 micrometers or less. The pin mill equipment suitably used by this invention may be equipment with which it was not limited to the pin disc mill by which the pin was arranged on the disk, for example, the pin was arranged on the cylinder.

[0066] [explanation of the manufacture approach of a magnet object] -- a compound is produced by adding and kneading the binder and additive

which become the magnet powder obtained as mentioned above first from an epoxy resin. Next, after pressing with shaping equipment with the shaping space of the request configuration of a party udo, a final bond magnet can be obtained through a heat hardening process, a washing process, a coating process, an inspection process, and a magnetization process.

[0067] Fabrication is not necessarily limited to above-mentioned compression molding, and is good also by well-known extrusion molding, injection molding, or rolling shaping. Magnet powder will be kneaded with plastic resin and rubber according to the class of fabricating method to adopt.

[0068] In addition, when based on injection molding, high softening temperature resin can be used like PPS besides the polyimide (nylon) currently widely used as resin. This is because the magnet powder of this invention is formed from the low rare earth alloy, so a magnet property does not deteriorate even if it is hard to oxidize and performs injection molding at temperature high in comparison.

[0069] Moreover, since the magnet powder of this invention cannot oxidize easily, it does not have to carry out the coat of the final magnet front face by the resin film. The magnet powder and melting resin of this invention are pressed fit with injection molding in the slot of the components which follow, for example, have the slot of a complicated configuration, and the components equipped with the magnet of a complicated configuration in one by it are sometimes manufactured possible.

[0070] [Explanation of electrical machinery and apparatus] this invention is suitably applied for example, to an IPM (Interior Permanent Magnet) mold motor. This IPM mold motor can be equipped with the Rota one apparatus magnet produced using the magnet powder by this invention.

[0071] The IPM mold motor in a desirable operation gestalt is equipped with the rotor core which builds in the bond magnet with which high density was filled up with the above-mentioned magnet powder, and the stator surrounding this rotor core. Two or more slots are formed in the rotor core, and the magnet of this invention is located in the slot. This magnet fuses the compound of the magnet powder by this invention, and into the slot of a rotor core, it is directly filled up with it and it carries out mold.

[0072] In addition, the magnet of this invention is used suitable for various kinds of electrical machinery and apparatus, such as other motors, actuators, etc. of a class, besides this kind of motor.

[0073] (Example) The example of this invention is explained hereafter.

[0074] About each of example No.1-No.6, weighing capacity of Fe, Co, B, Nd, and Pr of 99.5% or more of purity was carried out so that the total amount might become 100g, and it supplied in the quartz crucible. each - the presentation of example No.1-No.6 was carried out as shown in Table 1. Since the quartz crucible has the orifice with a diameter of 0.8mm at the pars basilaris ossis occipitalis, after dissolving within a quartz crucible, the above-mentioned raw material serves as an alloy molten metal, and will be caudad dropped from an orifice. The pressure performed the dissolution of a raw material using the high-frequency-heating method to the bottom of the argon ambient atmosphere of 2kPa(s). In this example, the melting temperature was set as 1350 degrees C.

[0075] The molten metal was made to blow off to the peripheral face of the copper roll in the location of 0.8mm of lower parts of an orifice by pressurizing the surface of hot water of an alloy molten metal by 32kPa(s). A roll rotates at high speed, while the interior is cooled so that the temperature of the peripheral face may be maintained by room temperature extent. For this reason, the alloy molten metal dropped from the orifice will be flown in the peripheral-velocity direction, contacting a roll peripheral surface and heat being taken. Since an alloy molten metal is continuously dropped on a roll peripheral surface through an orifice, the alloy solidified by quenching will have the gestalt of the ribbon (width of face: 2-5mm, thickness:70-300micrometer) prolonged for a long time in thin band-like one.

[0076] In the case of the roll kneader method (the single rolling method) adopted by this example, a cooling rate is prescribed by roll peripheral velocity and the amount of molten metal flowing down per unit time amount. In addition, in the amount of flowing down, depending on the diameter of an orifice (cross section), and the molten-metal-pressure force, the orifice set the diameter of 0.8mm, and molten metal injection pressure to 30kPa(s) in the example, and the flowing-down rate was about 0.1kg/second. In this example, the roll surface velocity  $V_s$  was set as the range of 2-12m/second. The thickness of the obtained quenching alloy thin band was in the 85-micrometer or more range of 272 micrometers or less.

[0077] In order to consider as the rapid solidification alloy containing an amorphous phase, as for a cooling rate, it is desirable that it is 103 degrees C/second or more, and in order to attain the cooling rate of this range, it is desirable to set [ second ] up roll peripheral velocity in 2m /or more.

[0078] In this way, analysis by the characteristic X ray of CuKalpha was performed to the thin band of the obtained quenching alloy. The powder X

diffraction pattern about example No.2 and No.4 is shown in drawing 3 .  
The rapid solidification alloy of example No.2 and No.4 has an amorphous organization, Fe23 B6, and the containing metal texture so that drawing 3 may show.

[0079]

[Table 1]

	No.	合金組成 (原子%)				0-1表面速度 Vs(m/s)	熱處理溫度 (℃)	合金厚 (μm)
		R	Fe	B	M			
實 施 例	1	Nd3	殘部	18.5	-	12	620	87
	2	Nd4	殘部	18.5	-	8	640	144
	3	Nd4.5	殘部	17.0	Co1	2	650	255
	4	Nd5.5	殘部	19.0	Co5+Cr5	6	680	170
	5	Nd2.5+Pr2	殘部	16.0	Co3+Ga1	9	630	120
	6	Nd3.5+Dy1	殘部	18.5	Co3+Si1	7	640	150
比 較 例	7	Nd3	殘部	18.5	-	15	620	61
	8	Nd4.5	殘部	17.0	Co1	20	650	30
	9	Nd3.5+Dy1	殘部	18.5	Co3+Si1	30	640	22

[0080] In Table 1, it is shown that "Nd5.5" of the column currently displayed as "R" did 5.5 atom % addition of Nd as rare earth elements, and it is shown that "Nd2.5+Pr2" did 2 atom % addition of 2.5 atoms % and Pr for Nd as rare earth elements.

[0081] Next, after carrying out coarse grinding of the obtained quenching alloy thin band and forming powder with a mean particle diameter of 850 micrometers or less, heat treatment for 10 minutes was performed in the argon ambient atmosphere at the temperature shown in Table 1. Then, with disc mill equipment, coarse-grinding powder was ground to 150 micrometers or less, and the magnet powder (magnet powder) of this invention was produced. Table 2 shows the magnetic properties of this magnet powder, and the ratio (a minor axis/major axis) of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis of a powder particle with a particle size of 40 micrometers or more.

[0082]

[Table 2]



	No.	磁石粉の磁気特性			短軸／長軸
		$B_r$ (T)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )	
実施例	1	1.22	245	76	0.33
	2	1.08	265	82	0.58
	3	1.11	300	95	0.83
	4	0.79	610	72	0.92
	5	1.20	310	98	0.44
	6	1.15	360	102	0.75
比較例	7	1.21	250	72	0.21
	8	1.09	305	89	0.14
	9	1.14	358	98	0.08

[0083] As shown in Table 2, each of minor axes / major-axis ratios in the magnet powder of example No.1-No.6 were 1.0 or less [ 0.3 or more ].

[0084] Next, after kneading the epoxy resin of 2 mass % to the above-mentioned magnet powder, the with a diameter height [ 7mm height of 10mm ] cylindrical Plastic solid was produced by the press-forming pressure of  $5.9 \times 10^8$  Pa. Then, the curing treatment of 1 hour was performed at 150 degrees C in atmospheric air to the Plastic solid, and the bond magnet was produced. The magnet property and magnetic powder pack density of this bond magnet are shown in Table 3. Here, magnetic powder pack density was calculated with "the volume of the volume / bond magnet of magnetic powder."

[0085]

[Table 3]

	No.	圧縮成形ボンド磁石の磁気特性			磁粉充填率 (%)
		$B_r$ (T)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )	
実施例	1	0.99	243	56	81
	2	0.89	264	61	82
	3	0.93	297	71	84
	4	0.67	598	54	85
	5	0.98	310	72	82
	6	0.95	358	76	83
比較例	7	0.93	248	50	77
	8	0.83	299	59	76
	9	0.86	354	65	75

[0086] As shown in Table 3, with the compression-molding bond magnet by

this invention, 80% or more of high magnetic powder filling factor is attained.

[0087] (Example of a comparison) Example No. of comparison 7-9 of Table 1 were produced according to the process explaining the above-mentioned example, and the same process. The difference with an example adjusts [ second ] roll surface velocity a second on the occasion of quenching of an alloy molten metal in 15m /or more 30m /or less, and is in the point which set thickness of a quenching alloy thin band to 20 micrometers or more 65 micrometers or less by it.

[0088] About the example of a comparison, the magnetic properties of magnet powder, and a minor axis / major-axis ratio are shown in Table 2, and the magnet property and magnetic powder filling factor of a compression-molding bond magnet are shown in Table 3. As shown in Table 2, the minor axis / major-axis ratio of the example of a comparison are less than 0.3. Moreover, as shown in Table 3, the magnetic powder filling factor of the example of a comparison is less than 80%. In addition, a magnetic powder filling factor here is shown by the magnet powder volume / bond magnet volume.

[0089] Drawing 6 is the cross-section SEM photograph of the bond magnet which pressed and produced the powder by this invention. On the other hand, drawing 7 is the cross-section SEM photograph of the bond magnet (example of a comparison) which pressed and produced the powder of product name MQP-B made from MQI. When based on this invention, 60% of the weight or more of the powder particle 40 micrometers or more has [ particle size ] 0.3 or more a minor axis / major-axis ratios. In the case of the example of a comparison, that to which particle size has 0.3 or more a minor axis / major-axis ratios in the powder particle 0.5 micrometers or less may also be contained, but as for most powder particles 40 micrometers or more, particle size has less than 0.3 the minor axis / major-axis ratio.

[0090]

[Effect of the Invention] According to this invention, the iron machine alloy permanent magnet powder which has improved the restoration nature and the fluidity at the time of shaping is obtained. By using this iron machine alloy permanent magnet powder, the electrical machinery and apparatus equipped with the bond magnet with which the magnetic powder filling factor has been improved, and the bond magnet concerned is offered.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] (a) is the perspective view showing typically the alloy thin band before grinding, and the powder particle after grinding about this invention, and (b) is the perspective view showing typically the alloy thin band before grinding, and the powder particle after grinding about the conventional technique.

[Drawing 2] (a) is drawing showing the example of 1 configuration of the melt spinning equipment (single roll equipment) which may be used suitable for this invention, and (b) is the partial enlarged drawing.

[Drawing 3] It is the graph which shows the powder X diffraction pattern about the example of this invention.

[Drawing 4] It is drawing showing the configuration of the pin mill equipment used by this invention.

[Drawing 5] It is drawing showing the pin out of the pin mill equipment of drawing 4 .

[Drawing 6] It is the cross-section SEM photograph of the bond magnet by this invention.

[Drawing 7] It is the cross-section SEM photograph of the bond magnet of the example of a comparison.

[Description of Notations]

1 Dissolution Room

2 Quenching Room

3 Fusion Furnace

4 Hot-Water-Storing Container

5 Tapping Nozzle

6 Funnel

7 Rotation Cooling Roller

1a, 2a, 8a Flueing opening

10 Alloy Thin Band in the case of this Invention

11 Powder Particle by this Invention  
12 Alloy Thin Band in the case of the Conventional Technique  
13 Powder Particle by the Conventional Technique  
20 Raw Material

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

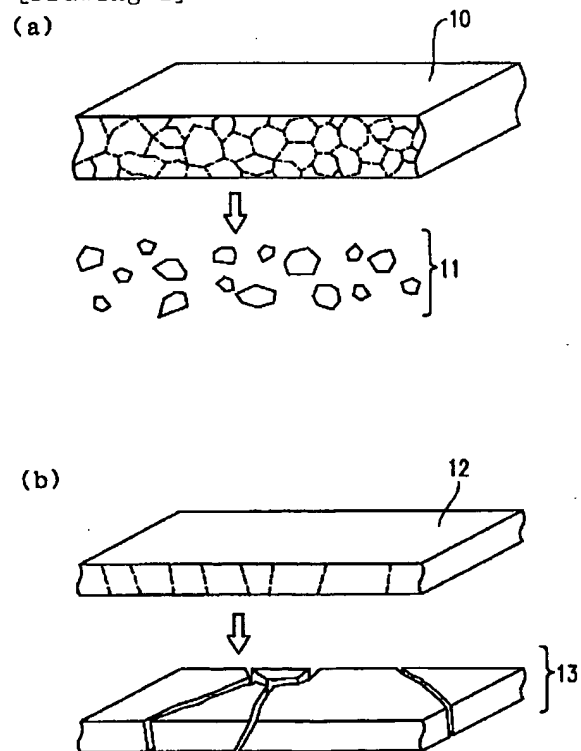
JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
  2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
  3. In the drawings, any words are not translated.
- 

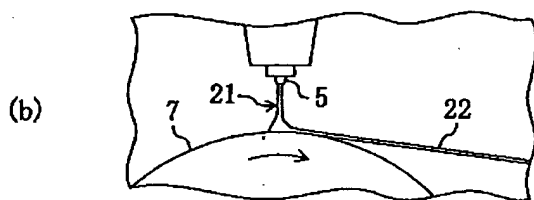
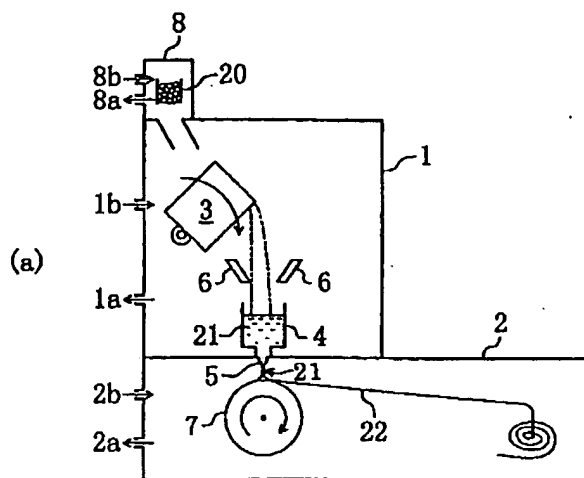
## DRAWINGS

---

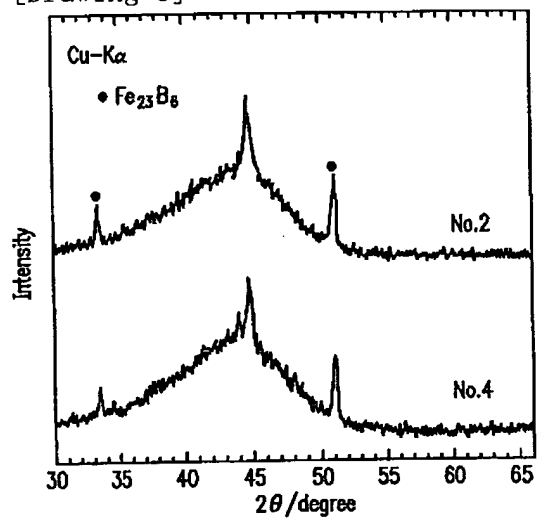
[Drawing 1]



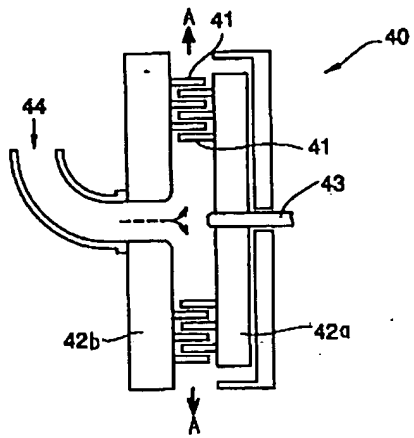
[Drawing 2]



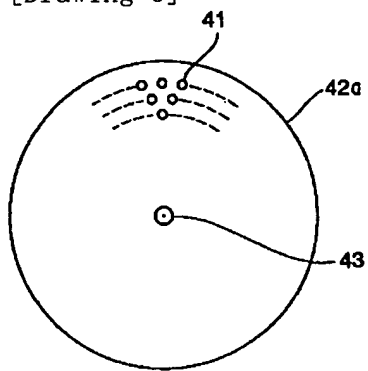
[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



---

[Translation done.]



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ ~~FADED~~ TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**